

# ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ РАДИАЦИОННОГО ОБЛУЧЕНИЯ НА МИКРОСТРУКТУРУ ДИСПЕРСНО-УПРОЧНЕННОЙ ОКСИДАМИ СТАЛИ

С.В. Власенко<sup>1)</sup>, А.И. Бенедиктович<sup>1)</sup>, Т.А. Ульяненкова<sup>2)</sup>, Ж. О'Коннелл<sup>3)</sup>, И. Нитлинг<sup>3)</sup>

<sup>1)</sup>Белорусский государственный университет, пр. Независимости, 4, Минск, Беларусь,

<sup>2)</sup>Rigaku Europe SE, Am Hardtwald 11, Ettlingen, Germany,

<sup>3)</sup>Centre for High Resolution Transmission Electron Microscopy,  
Nelson Mandela Metropolitan University, Port Elizabeth, South Africa  
svetlana.vlasenko.bsu@gmail.com, andrei.benediktovitch@atomicus.by

Были исследованы необлученные и облученные образцы дисперсно-упрочненных оксидами сталей с помощью дифракции рентгеновского излучения. Были получены микроструктурные параметры стали на основе подхода, где наночастицы рассматриваются как дополнительный источник уширения дифракционных профилей. При этом оксидные наночастицы моделируются как сферические включения в ферритную матрицу. Результаты, полученные при исследовании рентгеновскими методами, хорошо согласуются с результатами просвечивающей электронной микроскопии.

## Введение

Одним из актуальных направлений в материаловедении является разработка конструкционных материалов для будущих термоядерных реакторов [1-3]. Эти конструкционные материалы будут подвержены более агрессивным условиям, чем в нынешних реакторах: более высокие температуры и большие потоки нейтронного излучения. Выбор материала сильно влияет на конструкцию реактора. Дисперсно-упрочненные оксидами (ДУО) стали представляют собой класс передовых материалов, предложенных для термоядерных реакторов.

Одним из направлений исследования ДУО сталей является исследование влияния высоких доз облучения на механические свойства этих сталей. Механические свойства определяются микроструктурой сталей (размер наночастиц, их плотность и др.) [4].

Одной из наиболее эффективных методик исследования микроструктуры является просвечивающая электронная микроскопия высокого разрешения (ПЭМВР) [5,6]. Однако сложность этой методики и сложность подготовки образца для исследования ограничивают ее применимость. Еще одним мощным инструментом для определения микроструктуры материала является рентгеновская дифрактометрия. При таком подходе возникает необходимость описать влияние наночастиц на дифракционные профили. Наночастицы оксидов будут моделироваться как сферические включения в ферритную матрицу с когерентными границами. Необходимо исследовать дифракцию рентгеновских лучей на материалах, содержащих сферические включения в дополнение к другим источникам уширения дифракционных профилей (конечный размер кристаллитов, дислокации и инструментальные эффекты).

## Эксперимент

Рентгеновские дифрактограммы для исследования были получены на дифрактометре SmartLab (Rigaku) с использованием  $\text{CuK}\alpha$  излучения ( $\lambda=1.54056 \text{ \AA}$ ).

Рентгенодифракционный анализ был выполнен для необлученных и облученных ионами об-

разцов ДУО стали. Для исследования были использованы два типа ДУО сталей:

1. Fe-15Cr-2W-0.2Ti-0.35Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (KP123),
2. Fe-15Cr-4Al-2W-0.35 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (KP4).

В первом образце вследствие присутствия Ti образуется сложный оксид Y<sub>2</sub>Ti<sub>2</sub>O<sub>7</sub> в качестве оксидных наночастиц вместо Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> [7]. Во втором образце присутствие Al приводит к формированию сложного оксида Y<sub>4</sub>Al<sub>2</sub>O<sub>9</sub> [8].

В данном исследовании воздействие радиации на ДУО стали моделировалось облучением тяжелыми ионами. Облучение высокоэнергетическими ионами было выполнено на циклотроне U400 (Дубна). Флюенс ионов Bi (700 МэВ) –  $6.15 \cdot 10^{12} \text{ см}^{-2}$  и  $1.52 \cdot 10^{13} \text{ см}^{-2}$ , флюенс ионов Xe (167 МэВ) –  $1.5 \cdot 10^{14} \text{ см}^{-2}$ .

Поперечные ПЭМ изображения были получены с использованием электронного микроскопа JEOL JEM 2100 LaB<sub>6</sub>. Образцы были приготовлены с помощью FEI Helios Nanolab FIB.

## Теоретические основы

Экспериментально полученный профиль интенсивности фитируется теоретической кривой  $I_{theor}$ , которая представляет собой сумму функции фона  $BG(2\theta)$  и свертку профилей интенсивности для различных источников уширения дифракционных профилей: конечный размер кристаллитов  $I_{size}$ , дислокации  $I_{disl}$ , сферические включения  $I_{si}$  и инструментальная функция  $I_{instr}$

$$I_{theor} = BG(2\theta) + \sum_{hkl} I_{max}^{hkl} I^{hkl}(2\theta - 2\theta_0^{hkl}),$$

$$I^{hkl} = I_{inst}^{hkl} * I_{size}^{hkl} * I_{disl}^{hkl} * I_{si}^{hkl}$$

где  $I_{max}^{hkl}$  - амплитуда интенсивности,  $2\theta_0^{hkl}$  - положение пика интенсивности.

Свертывание профилей интенсивности выполняется в Фурье-пространстве. Преобразование Фурье  $A(L)$ , соответствующее всем профилям интенсивности:

$$A(L) = A^{instr}(L) A^{size}(L) A^{disl}(L) A^{si}(L).$$

Уменьшение размеров кристаллитов приводит к уширению профилей. Преобразование Фурье

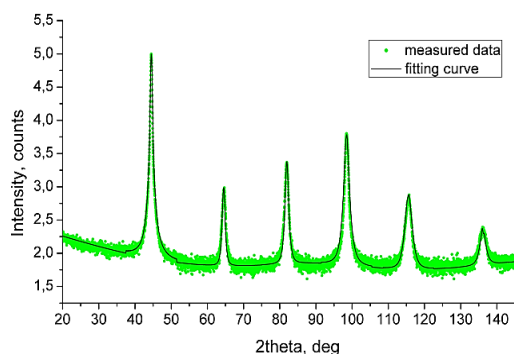


Рис. 1. Образец KP123.

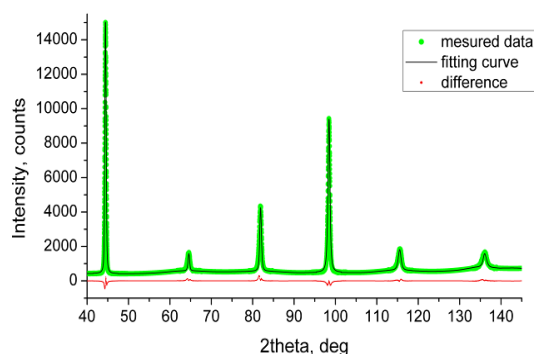


Рис. 2. Образец KP123-Bi615 (необлученная сторона).

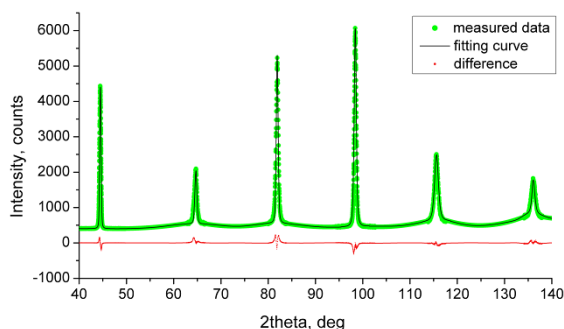


Рис. 3. Образец KP123-Bi615 (облученная сторона).

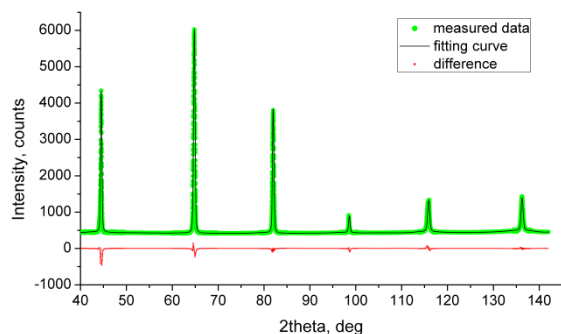


Рис. 4. Образец KP4-Xe, облученный ионами Xe.

Таблица 1

	KP123	KP4-Xe
$d \geq$ , мкм	4.9	4.2
$\sigma$	0.1	0.2
$q$	$1.5 \pm 0.1$	$2.2 \pm 0.2$
$\rho$ , см <sup>-2</sup>	$(1.1 \pm 0.2) \cdot 10^{11}$	$(5.1 \pm 0.3) \cdot 10^{10}$
$M$	$0.24 \pm 0.01$	$0.53 \pm 0.08$
$\rho_{np}$ , см <sup>-3</sup>	$(4.2 \pm 0.2) \cdot 10^{16}$	$(1.6 \pm 0.3) \cdot 10^{16}$
$r_0$ , нм	$4.1 \pm 0.2$	$2.4 \pm 0.1$

Таблица 2

	KP123-Bi615 (облуч. ст.)	KP123-Bi615 (необлуч. ст.)
$d \geq$ , мкм	6.7	6.9
$\sigma$	0.5	0.3
$q$	$2.6 \pm 0.2$	$2.5 \pm 0.1$
$\rho$ , см <sup>-2</sup>	$(2.0 \pm 0.3) \cdot 10^{12}$	$(3.2 \pm 0.1) \cdot 10^{12}$
$M$	$4.98 \pm 0.35$	$5.58 \pm 0.24$
$\rho_{np}$ , см <sup>-3</sup>	$(7.3 \pm 0.3) \cdot 10^{15}$	$(6.3 \pm 0.5) \cdot 10^{15}$
$r_0$ , нм	$5.8 \pm 0.4$	$5.3 \pm 0.3$

для уширения за счет конечного размера кристаллитов:

$$A^{size}(L) = \frac{1}{2} \operatorname{erfc} \left[ \frac{\log \left( \frac{|L|}{\mu} \right)}{\sqrt{2}\sigma} - \frac{3}{\sqrt{2}} \sigma \right] - \frac{3}{2} |L| \exp \left[ -\frac{5}{2} \sigma^2 \right] \operatorname{erfc} \left[ \frac{\log \left( \frac{|L|}{\mu} \right)}{\sqrt{2}\sigma} - \sqrt{2}\sigma \right] + \frac{|L|^3}{2\mu^3 \exp \left[ \frac{9}{2} \sigma^2 \right]} \operatorname{erfc} \left[ \frac{\log \left( \frac{|L|}{\mu} \right)}{\sqrt{2}\sigma} \right],$$

где  $\mu$  и  $\sigma$  – параметры логарифмически нормального распределения.

Для прямолинейных дислокаций преобразование Фурье:

$$A^{disl}(L) = \exp \left[ -2\pi^2 g^2 L^2 \langle \varepsilon_{g,L}^2 \rangle \right],$$

$$\langle \varepsilon_{g,L}^2 \rangle = \left( \frac{b}{2\pi} \right)^2 \pi \rho \bar{C} f \left( \frac{L}{R_g^*} \right),$$

где  $b$  – модуль вектора Бюргерса,  $g$  – модуль вектора дифракции,  $\rho$  – плотность дислокаций,  $\bar{C}$  – усредненный коэффициент контраста,  $f$  – функция Уилкенса,  $R_g^*$  – радиус обрезания.

Наночастицы оксидов моделируются как сферические включения в ферритную матрицу. Наличие сферических включений приводит к возникновению полей смещения и уширению дифракционных профилей. Предполагается, что все нано-

частицы имеют сферическую форму и одинаковый радиус.

Используя уравнения равновесия и соответствующие граничные условия (когерентная граница), получаем поле смещения за пределами сферического включения:

$$u_r(r) = \frac{m(2c_{12}^* + c_{11}^*)}{2c_{12}^* + c_{11}^* + 2(m+1)(c_{11} - c_{12})} \frac{r_0^3}{r^2},$$

где  $c_{11}^*$ ,  $c_{12}^*$  и  $c_{11}$ ,  $c_{12}$  – упругие константы включения и матрицы соответственно,  $r_0$  – радиус включения,  $m$  – коэффициент относительного несоответствия кристаллических решеток.

Согласно подходу Кривоглаза [9] профиль интенсивности от сферических включений может быть записан как

$$I_{si}(q) = \int_{-\infty}^{\infty} e^{iqL} A^{si}(L) dL,$$

$$A^{si}(L) = \exp\left[2\pi\rho_{np}L^3\psi\left(\frac{HP}{L^2}\right)\right] - \exp[-4\pi W],$$

где  $\rho_{np}$  – плотность наночастиц, функция  $\psi$  определяется как

$$\psi(x) = 2\pi \int_0^{\infty} dr \int_0^{\pi} d\theta (e^{ix\phi(r, \cos\theta)} - 1) \sin\theta,$$

где функция  $\phi$  может быть найдена как

$$\phi(r, \cos\theta) = \frac{1 - r \cos\theta}{(1 + r^2 - 2r \cos\theta)^{3/2}} + \frac{\cos\theta}{r^2},$$

$2W$  – фактор Дебая-Валлера

$$2W = \frac{8\sqrt{2\pi}}{15} \rho_{np}(HP)^{3/2}.$$

Результаты фитирования экспериментальных профилей интенсивности приведены на рис. 1-4;

полученные физические параметры приведены в таблицах 1-2.

## Заключение

Был предложен подход для вычисления микроструктурных параметров из уширения дифракционных профилей вследствие конечного размера кристаллитов, присутствия дислокаций, а также дополнительно учитывающий влияние оксидных наночастиц. Для моделирования уширения от наночастиц было предложено рассматривать их как сферические включения. На основе предложенного подхода были исследованы облученные ионами и необлученные образцы ДУО сталей и получены их микроструктурные параметры. Было установлено, что в результате облучения микроструктурные параметры изменяются незначительно.

## Список литературы

1. Verhies K., Almazouzi A., De Wispelaere N., Petrov R. and Claessens S. // J. Nucl. Mater. 2009. V. 385. P. 308-311.
2. Klimiankou M., Lindau R. and Möslang A. // J. Cryst. Growth 2003. V. 249. P. 381-387.
3. Oksiuta Z., Olier P., de Carlan Y. and Baluc N. // J. Nucl. Mater. 2009. V. 393. P. 114-119.
4. Xia Y.P., Wang X.P., Zhuang Z., Sun Q.X., Zhang T., Fang Q.F., Hao T. and Liu C. S. // J. Nucl. Mater. 2013. V. 432. P. 198-204.
5. Hsiung L., Fluss M., Tumey S., Kuntz J., El-Dasher B., Wall M., Choi B., Kimura A., Willaime F. and Serruys Y. // J. Nucl. Mater. 2011. V. 409. P. 72-79.
6. De Castro V., Leguey T., Munoz A., Monge M. A., Pareja R., Marquis E. A., Lozano-Perez S. and Jenkins M. L. // J. Nucl. Mater. 2009. P. 449-452.
7. Skuratov V.A., Sohatsky A.S., O'Connell J.H., Kornieieva K., Nikitina A.A., Neethling J.H., Ageev V.S. // J. Nucl. Mater. 2015. V. 456. P. 111-114.
8. Skuratov V.A., Uglov V.V., O'Connell J., Sohatsky A.S., Neethling J.H. and Rogozhkin S.V. // J. Nucl. Mater. 2013. V. 442. P. 449-457.
9. Krivoglaз M.A. X-ray and Neutron Diffraction in Nonideal Grystals. Springer, Berlin, 1996.

## INVESTIGATION OF INFLUENCE OF RADIOACTIVE IRRADIATION ON THE MICROSTRUCTURE OF OXIDE DISPERSION STRENGTHENED STEELS

S. Vlasenko<sup>1)</sup>, A. Benediktovitch<sup>1)</sup>, T. Ulyanenkova<sup>2)</sup>, J. O'Connell<sup>3)</sup>, J.H. Neethling<sup>3)</sup>

<sup>1)</sup>Belarusian State University, Nezavisimosti Avenue 4, Minsk, Belarus

<sup>2)</sup>Rigaku Europe SE, Am Hardtwald 11, Ettlingen, Germany

<sup>3)</sup>Centre for High Resolution Transmission Electron Microscopy, Nelson Mandela Metropolitan University, Port Elizabeth, South Africa  
svetlana.vlasenko.bsu@gmail.com, andrei.benediktovitch@atomicus.by

The microstructure of unirradiated and irradiated samples of oxide dispersion strengthened (ODS) steels was investigated by X-ray diffraction in order to determine the influence of radiation on mechanical properties of steels. The microstructural parameters of ODS steels from measured diffraction profiles were evaluated using an approach where the complex oxide nanoparticles ( $Y_2Ti_2O_7$  and  $Y_4Al_2O_9$ ) are modeled as spherical inclusions in the steel matrix with coherent boundaries. The proposed method enables processing of diffraction data from materials containing spherical inclusions by treating them as one more source of peak broadening in addition to straight dislocations, and taking into account broadening due to crystallite size and instrumental effects. The microstructural parameters were obtained on the basis of fitting of experimental data by theoretical curve. The parameters of crystallite size distribution modeled by a lognormal distribution function (the median  $m$  and the variance  $\sigma$ ), the strain anisotropy parameter  $q$ , the dislocation density  $\rho$ , the dislocation arrangement parameter  $M$ , the density of oxide nanoparticles  $\rho_{np}$  and the nanoparticle radius  $r_0$  were determined for the ODS steel samples. It was established that irradiation has no significant influence on microstructure. The results obtained for physical parameters are in good agreement with the results of high-resolution transmission electron microscopy (HRTEM).